

USSR, Invention and Discovery Committee at Minister Council of USSR

DESCRIPTION OF INVENTION
for the patent

Dependent from the patent N^o –
Application for a patent **22.X.1969 (N^o 1371263/23-5)**
with addition of patent N^o –
Priority –
Published **10.VIII.1972**. Bulletin N^o **24**
The description was published 05.IX.1972

347336

M. Kl.?C 08f 45/40

UDK **678.743.2.49(088.8)** (Universal Decimal Classification)

Authors of invention: A.I. Kutzenko, R.A. Abramova, G.G. Lisenko,
E.G. Maksimenko, L.I. Burinova, L.D. Pertzov and M.D. Stebluk

The person who applied –

PLASTICIZATION OF POLYVINYL CHLORIDE METHOD

Nowadays, ethers esters? of phthalic acid are widely used as plasticizers at processing of polyvinyl chloride (PVC); these plasticizers permit to get PVC some valuable characteristics, such as low volatility, high specific volume electrical resistance, holding good working in wide temperature field. Some of these known plasticizers are diisodecylphthalate, ditridecylphthalate processed on the base of oxo synthesis alcohols.

With the purpose of widening of the raw material base, improving of working characteristics of polyvinyl chloride materials, and a possibility of utilizing waste of production of 2-ethylhexanol, which is produced by condensing of butyl alcohol, there is an offer to use phthalates, processed on the base of 2,4-diethyloctanol (isododecyl alcohol), as plasticizers for polyvinyl chloride compositions.

Isododecyl alcohol is gotten by distillation of still(age) bottoms at rectification of 2-ethylhexanol; it can be used for synthesis of phthalates which are recommended for polyvinyl chloride plasticizing. Isododecyl alcohol phthalates (diisododecylphthalate [DDDF] and butylisododecylphthalate [BDDF]) are produced by etherification of phthalic anhydride with acid catalysts – sulphuric acid, p-toluene sulfonic acid? and others.

The said ethers have physico-chemical characteristics, shown in Table 1.

Table 1

Characteristic	Diisododecyl-phthalate	Isododecylbutyl-phthalate
Color by iodine-metric scale, N ⁰	1	1
Density at 20 °C, g/cm ³	0.957	0.991
Acid number, mg KOH/g	0.1	0.1
Saponification number, mg KOH/g	219	295
Flare temperatura, °C	218-223	198
Freezing temperatura, °C	- 35	-
Specific volume electrical resistance at 20 °C, ohm/cm	2x10 ¹²	4x10 ¹¹

Ethers on the base of isododecyl alcohol are accessible, cheap, and high quality plasticizers, which are easy compatible with polyvinyl chloride.

The following examples confirm the possibility of using the recommended ethers (diisododecylphthalate and butylisododecylphthalate) instead of known phthalates (dioctylphthalate [DOF] and ditridecylphthalate [DTDF]); this permits to expand the assortment of phthalate plasticizers for polyvinyl chloride.

Example 1. A composition content, weigh parts:

Polyvinyl chloride resins (pitch, tar, rosin), type C-70	100
Plasticizer	50
Calcium stearate	3

“Plasticators/Plasticats” (looks like slang for the process product) have physico-mechanical characteristics, shown in Table 2.

Table 2

Characteristic	Diisododecyl-phthalate	Dioctyl-phthalate	Ditridecyl-phthalate
Tensile strength, kg/cm ²	182	195	175
Lengthening [elongation], %	342	364	356
Waste(?) [weight loss], %	0.4	0.9	0.4
Frost-resistance, °C	-40	-40	-40
Specific volume electrical resistance at 20 °C, ohm/cm	1.8x10 ⁴ ?-see next paragraph	1.9x10 ¹⁵	1.5x10 ¹⁴

From these data it's seen that “plasticat” on the DDDF base has identical physico-mechanical characteristics to “plasticats” on bases of dioctylphthalate and ditridecylphthalate; and waste of “plasticat” on the DDDF base is twice less than “plasticat” on the DOF base.

E x a m p l e 2. A composition content, weigh parts:

Polyvinyl chloride resins (pitch, tar, rosin), type C-70	100
Plasticizer	55
Calcium stearate	9
Lead silicate	10

“Plasticators” have physico-mechanical characteristics, shown in Table 3.

Table 3

Caracteristic	Diisododecyl-phthalate	Ditridecyl-phthalate
Tensile strength, kg/cm ²	176	173
Lengthening [elongation], %	372	302
Waste(?) [weight loss], %	0.2	0.5
Frost-resistance, °C	-40	-25
Specific volume electrical resistance at 20 °C, ohm/cm	1.5x10 ¹⁵ ?	1.0x10 ¹⁴

It may be seen of these data that materials made by this recipe (using DDDF plasticizer) have better physico-mechanical characteristics (especially frost-resistance) than materials produced with the import plasticizer – ditridecylphthalate.

E x a m p l e 3. A composition content, weigh parts:

Polyvinyl chloride resins (pitch, tar, rosin), type C-70	150
Plasticizer	75

“Plasticators” have physico-mechanical characteristics, shown in Table 4.

Table 4

Caracteristic	Dialkylphthalat-789 (60 w.p.) + Dibutyl-phthalate (15 w.p.)	Dialkylphthalate-789 (60w.p.) + Butylisododecylphthalate (15 w.p.)
Tensile strength, kg/cm ²	169	171
Lengthening [elongation], %	398	400
Tear, kg	27.4	30.6
Rigidity, g	11.5	14.2
Working frost-resistance, load at -35 °C, kg	36.4	53
Frost – napkin with -40 °C	holds	holds

From these data it's seen that the composition with butylisododecylphthalate has better physico-mechanical characteristics.

E x a m p l e 4. A composition content, weigh parts:

Polyvinyl chloride resins (pitch, tar, rosin), type C-70	150
Plasticizer	75

“Plasticators” have physico-mechanical characteristics, shown in Table 5.

Table 5

Characteristic	Dialkylphthalate-789 (60 w.p.) + Dibutyl- phthalate (15 w.p.)	Butylisodo- decylphthalate (75 w.p.)
Tensile strength, kg/cm ²	169	164
Lengthening [elongation], %	398	395
Tear, kg	27.4	27.0
Rigidity, g	11.5	9,7
Working frost-resistance, load at -35 °C, kg	36.4	78
Frost – napkin with -40 °C	holds	holds

From these data it's seen that butylisododecylphthalate can substitute both plasticizers in a composition (dialkylphthalate-789 and dibutylphthalate), improving physico-mechanical characteristics of the “plasticator”.

SUBJECT OF THE INVENTION

Method of plasticizing of polyvinyl chloride with ethers of phthalic acid, *different* (from all others) with the usage of phthalic acid ethers and 2,4-diethyloctanol-1 for the purpose of widening of the raw material base, improving of working characteristics of polyvinyl chloride materials, and utilizing waste of 2-ethylhexanol production.

Союз Советских
Социалистических
Республик



Комитет по делам
изобретений и открытий
при Совете Министров
СССР

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

347336

Зависимое от авт. свидетельства № —

Заявлено 22.X.1969 (№ 1371263/23-5)

М. Кл. С 08f 45/40

с присоединением заявки № —

Приоритет —

Опубликовано 10.VIII.1972. Бюллетень № 24

УДК 678.743.2.49(088.6)

Дата опубликования описания 05.IX.1972

Авторы
изобретения А. И. Куценко, Р. А. Абрамова, Г. Г. Лысенко, Е. Г. Максименко,
Л. И. Буринова, Л. Д. Перцов и М. Д. Стеблюк

Заявитель —

СПОСОБ ПЛАСТИФИКАЦИИ ПОЛИВИНИЛХЛОРИДА

1

В настоящее время в качестве пластификаторов для поливинилхлорида (ПВХ) широко применяют эфиры фталевой кислоты, которые придают поливинилхлоридным композициям ряд ценных свойств: низкую летучесть, высокое удельное объемное электрическое сопротивление, сохранение эксплуатационных свойств в широком интервале температур. Среди этих пластификаторов известны диизододecilфталат, дитридецилфталат, полученные на спиртах оксосинтеза.

Предлагается, с целью расширения сырьевой базы, улучшения эксплуатационных свойств поливинилхлоридных материалов и использования отходов производства 2-этилгексанола, получаемого конденсацией бутилового спирта, в качестве пластификаторов для поливинилхлоридных композиций применять фталаты, полученные на основе 2,4-диэтил-октанола (изододecilового спирта).

Изододecilовый спирт выделяют дистилляцией из кубовых остатков от ректификации 2-этилгексанола, он может быть использован для синтеза фталатов, рекомендуемых для пластификации поливинилхлорида. Фталаты изододecilового спирта — диизододecilфталат (ДДДФ) и бутилизододecilфталат (БДДФ) — получают этерификацией фталевого ангидрида в присутствии кислых катали-

2

заторов — серной кислоты, *n*-толуолсульфокислоты и др.

Предлагаемые эфиры имеют следующие физико-химические показатели, приведенные в таблице 1.

Таблица 1

Показатели	Диизододecilфталат	Изододecilбутилфталат
Цвет по йодометрической шкале, №	1	1
Плотность при 20°C, г/см ³	0,957	0,991
Кислотное число, мг КОН/г	0,1	0,1
Число омыления, мг КОН/г	219	295
Температура вспышки, °C	218—223	198
Температура застывания, °C	—35	—
Удельное объемное электрическое сопротивление при 20°C, Ом·см	2·10 ¹²	4·10 ¹¹

Эфиры на основе изододecilового спирта являются доступными, дешевыми и высококачественными пластификаторами, которые легко совмещаются с поливинилхлоридом.

Приводимые ниже примеры подтверждают возможность использования рекомендуемых эфиров — диизододecilфталата и бутилизододecilфталата — вместо известных фталатов — диоктилфталата (ДОФ) и дитридецил-

BEST AVAILABLE COPY

фталата (ДТДФ), что позволит расширить ассортимент фталевых пластификаторов для поливинилхлорида.

Пример 1. Составляют композицию, содержащую, вес. ч.:

Поливинилхлоридные смолы (марки С-70)	100
Пластификатор	50
Стеарат кальция	3

Пластикаторы имеют следующие физико-механические показатели, приведенные в таблице 2.

Таблица 2

Показатели	Динизо- додецил- фталат	Диок- тил- фталат	Дитри- децил- фталат
Разрыв, кг/см ²	182	195	175
Удлинение, %	342	364	356
Потери, %	0,4	0,9	0,4
Морозостойкость, °С	-40	-40	-40
Удельное объемное электрическое сопротивление при 20°C, ом·см	1,8·10 ¹⁴	1,9·10 ¹³	1,5·10 ¹⁴

Из данных, приведенных в этом примере, видно, что пластикат на основе ДДДФ идентичен по своим физико-механическим свойствам пластикатам на основе дитридецилфталата и диоктилфталата, причем пластикат на основе ДДДФ имеет потери в 2 раза меньше, чем пластикат на основе ДОФ.

Пример 2. Составляют композицию, содержащую, вес. ч.:

Поливинилхлоридные смолы (марки С-70)	100
Пластификатор	55
Стеарат кальция	9
Силикат свинца	10

Пластикаторы имеют следующие физико-механические показатели, приведенные в таблице 3.

Таблица 3

Показатели	Динизо- додецил- фталат	Дитри- децил- фталат
Разрыв, кг/см ²	176	173
Удлинение, %	372	302
Потери, %	0,2	0,5
Морозостойкость, °С	-40	-25
Удельное объемное электрическое сопротивление при 20°C, ом·см	1,5·10 ¹³	1,0·10 ¹⁴

Как видно из приведенных данных, материалы, изготовленные по данной рецептуре, с применением пластификатора ДДДФ по своим физико-механическим показателям (особенно по морозостойкости) превосходят материалы, изготовленные на импортном пластификаторе — дитридецилфталате.

Пример 3. Составляют композицию, содержащую, вес. ч.:

Поливинилхлоридные смолы (марки С-70)	150
Пластификатор	75

Пластикаторы имеют следующие физико-механические показатели, приведенные в таблице 4.

Таблица 4

Показатели	Диалкилфталат- 789 (60 вес. ч.)	
	дибутил- фталат (15 вес. ч.)	бутилизододецил- фталат (15 вес. ч.)
Разрыв, кг/см ²	169	171
Удлинение, %	398	400
Раздир, кг	27,4	30,6
Жесткость, г	11,5	14,2
Эксплуатационная морозостойкость при -35°C, кг	36,4	53
Мороз — салфетка при -40°C	Выдерживает	Выдерживает

Из приведенных данных видно, что композиция, в которой пластификатор дибутилфталат заменен бутилизододецилфталатом, имеет более высокие физико-механические показатели.

Пример 4. Составляют композицию, содержащую, вес. ч.:

Поливинилхлоридные смолы (марки С-70)	150
Пластификатор	75

Пластикаторы имеют следующие физико-механические показатели, приведенные в таблице 5.

Таблица 5

Показатели	Диалкилфталат 789 (60 вес. ч.)	
	дибутил- фталат (15 вес. ч.)	Бутилизододецил- фталат (75 вес. ч.)
Разрыв, кг/см ²	169	164
Удлинение, %	398	395
Раздир, кг	27,4	27,0
Жесткость, г	11,5	9,7
Эксплуатационная морозостойкость, нагрузка при -35°C, кг	36,4	78
Мороз — салфетка при -40°C	Выдерживает	Выдерживает

Как видно из приведенных данных, бутилизододецилфталат может полностью заменить сумму пластификаторов в композиции (диалкилфталат-789 и дибутилфталат), улучшая при этом физико-механические показатели пластика.

Предмет изобретения

Способ пластификации поливинилхлорида эфирами фталевой кислоты, отличающийся тем, что, с целью расширения сырьевой базы,

улучшения эксплуатационных свойств винилхлоридных материалов и использования отходов производства 2-этилгексанола, в качестве эфиров фталевой кислоты, применяют эфиры этой кислоты и 2,4-дистансолов

BEST AVAILABLE COPY

Составитель А. Кулакова

Редактор О. Кузнецова

Техред Т. Ускова

Корректор Е. Миронова

Заказ 2683/13

Изд. № 1154

Тираж 406

Подписное

ЦНИИПИ Комитета по делам изобретений и открытий при Совете Министров СССР
Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Типография, пр. Сапунова, 2